



Microscopie de force dynamique: éléments (Première partie)

Laurent Nony

► To cite this version:

Laurent Nony. Microscopie de force dynamique: éléments (Première partie). DEA. 2006, pp.36. cel-00588297

HAL Id: cel-00588297

<https://cel.hal.science/cel-00588297>

Submitted on 22 Apr 2011

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

Microscopie à Force Atomique (AFM) en mode dynamique : éléments Première partie

Laurent Nony

laurent.nony @im2np.fr

Séminaire interne, Juin 2006

**Université Paul Cézanne Aix-Marseille III
IM2NP - UMR CNRS 6242
Marseille**



Institut Matériaux Microélectronique Nanosciences de Provence
UMR 6242 CNRS, Universités Paul Cézanne, Provence et Sud Toulon-Var



CENTRE NATIONAL
DE LA RECHERCHE
SCIENTIFIQUE



Qu'est-ce qu'un AFM?

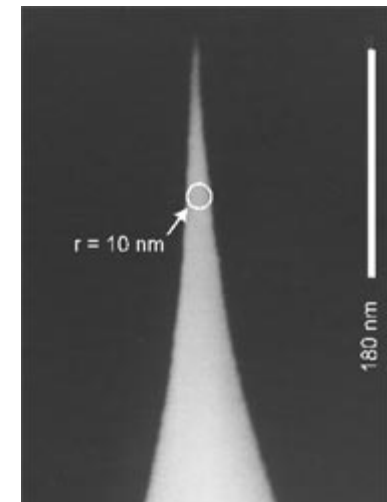
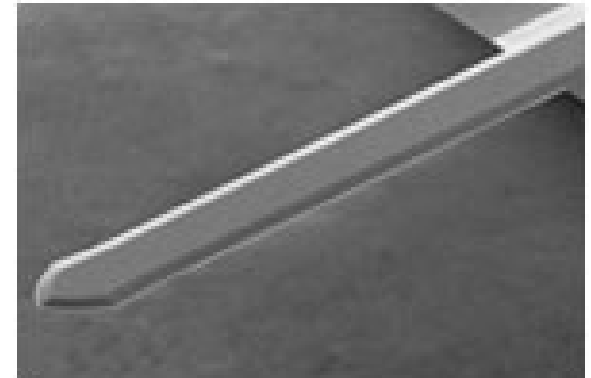
Non-contact

Tapping

Modélisation

Introduction

- Microscope à **sonde locale** (nano-pointe au voisinage d'une surface) : pointe à la fin d'un microlevier ($100 \times 20 \times 3 \mu\text{m}^3$) : rayon de courbure $\sim 5 \text{ nm}$ (meilleur des cas)
- Balayage de la surface de l'échantillon (piezos x, y, z) : signal d'asservissement dépend du mode dynamique
- **Mesure de la déflexion du levier** (raideur k) par un système de détection optique \Rightarrow **mesure indirecte de forces** :
 - Electrostatiques (charges localisées) : attractives, (très) longue portée ($> 100 \text{ nm}$), en général compensées expérimentalement par un potentiel pointe-échantillon
 - Van der Waals (**London** (dispersion), Debye, Keesom) : attractives, longue portée ($> 1 \text{ nm}$)
 - Chimiques (interatomiques) : attractives ou répulsives, courte portée, (quelques Å)
 - Magnétiques
- Par opposition au STM, **processus classique** (moyenne sur un grand nombre d'atomes : toute la pointe compte)



Qu'est-ce qu'un AFM?

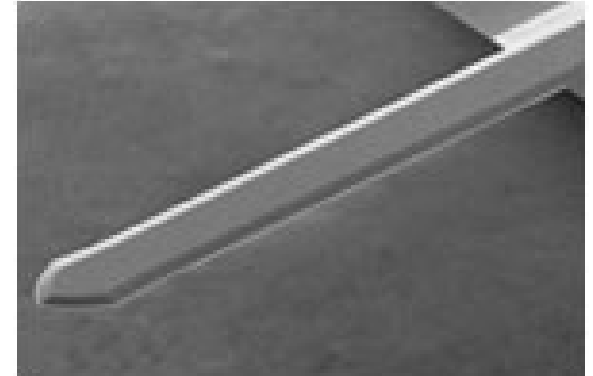
Non-contact

Tapping

Modélisation

Introduction

- Microscope à **sonde locale** (nano-pointe au voisinage d'une surface) : pointe à la fin d'un microlevier ($100 \times 20 \times 3 \mu\text{m}^3$) : rayon de courbure $\sim 5 \text{ nm}$ (meilleur des cas)



- Balayage de la surface de l'échantillon (piezos x, y, z) : signal d'asservissement dépend du mode dynamique

- **Mesure de la déflexion du levier** (raideur k) par un système de détection optique \Rightarrow **mesure indirecte de forces** :

- Electrostatiques (charges localisées) : attractives, (très) longue portée ($> 100 \text{ nm}$), en général compensées expérimentalement par un potentiel pointe-échantillon
- Van der Waals (**London** (dispersion), Debye, Keesom) : attractives, longue portée ($> 1 \text{ nm}$)
- Chimiques (interatomiques) : attractives ou répulsives, courte portée, (quelques Å)
- Magnétiques



- Par opposition au STM, **processus classique** (moyenne sur un grand nombre d'atomes : toute la pointe compte)



Spécificités de l'AFM en mode dynamique

Non-contact

Tapping

Modélisation

Introduction

- Excitation du levier à une fréquence proche ou égale à sa fréquence de résonance ($f_0 \sim 150$ kHz, $A_0 \sim 10$ nm) au voisinage de la surface :
 - **Intérêts :**
 1. réduire la force de cisaillement à l'interface
 2. sensibilité accrue par rapport au mode contact
 3. non-contact (cartographie des seules forces attractives)
 - **Difficultés :**
 1. modélisation de la **dynamique non-linéaire**
 2. détection de l'oscillation (bande-passante du système de détection > MHz)
 3. complexité de l'électronique de contrôle
 4. avec la sensibilité accrue, origine du contraste (notamment en **dissipation**)?
- Mesures en fonction de la **distance** pointe-surface:
 1. fréquence des oscillations
 2. amplitude des oscillations
 3. amplitude de l'excitation
 4. déphasage entre excitation et réponse du levier
- Système mécanique (poutre encastrée) **strictement analogue à un oscillateur harmonique** amorti en régime forcé (précautions expérimentales requises, mais nécessaire pour la modélisation)

Mode normal (fondamental)

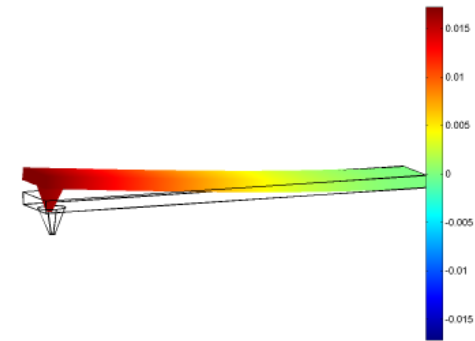
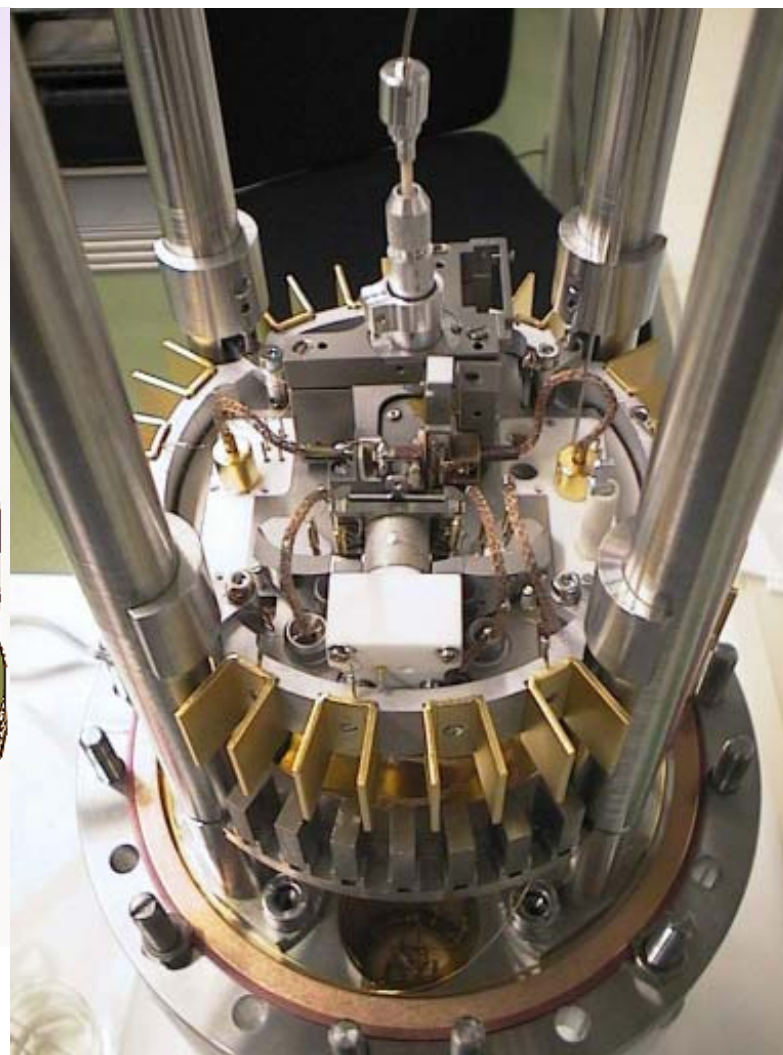
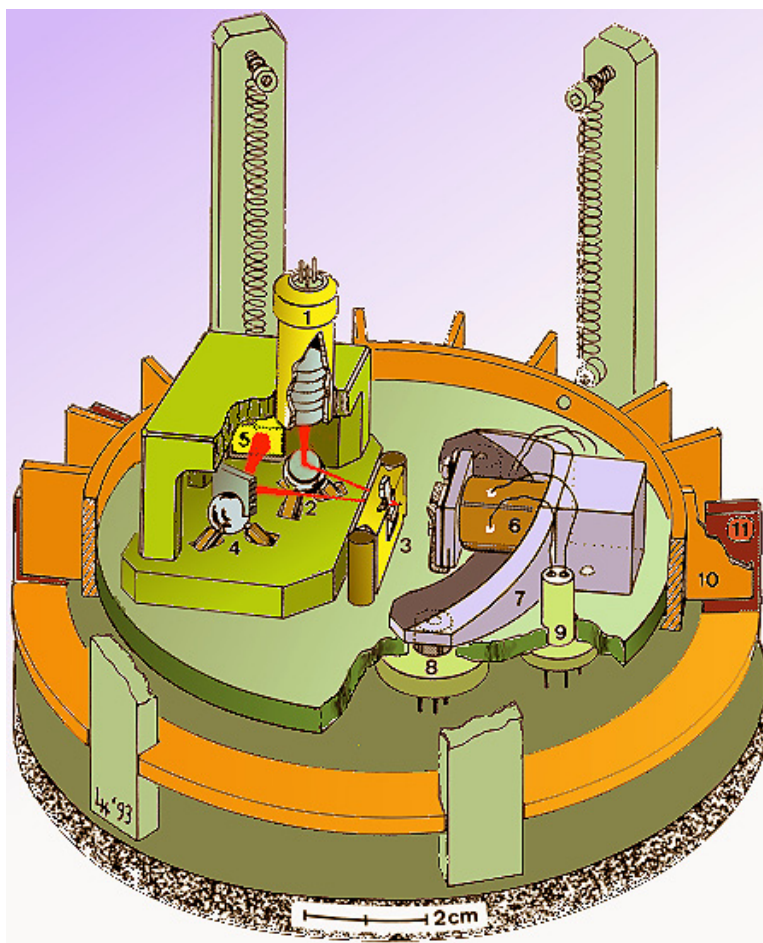


Illustration : AFM ultra-vide (UHV)

Introduction
Modélisation
Tapping
Non-contact



Le levier: un oscillateur harmonique

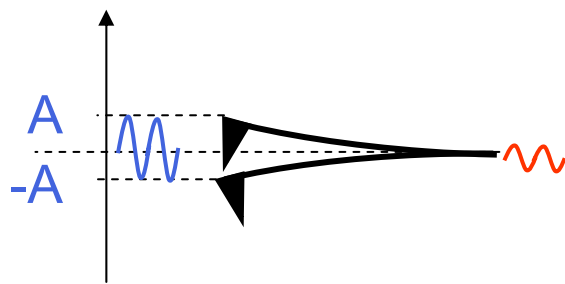
Non-contact

Tapping

Modélisation

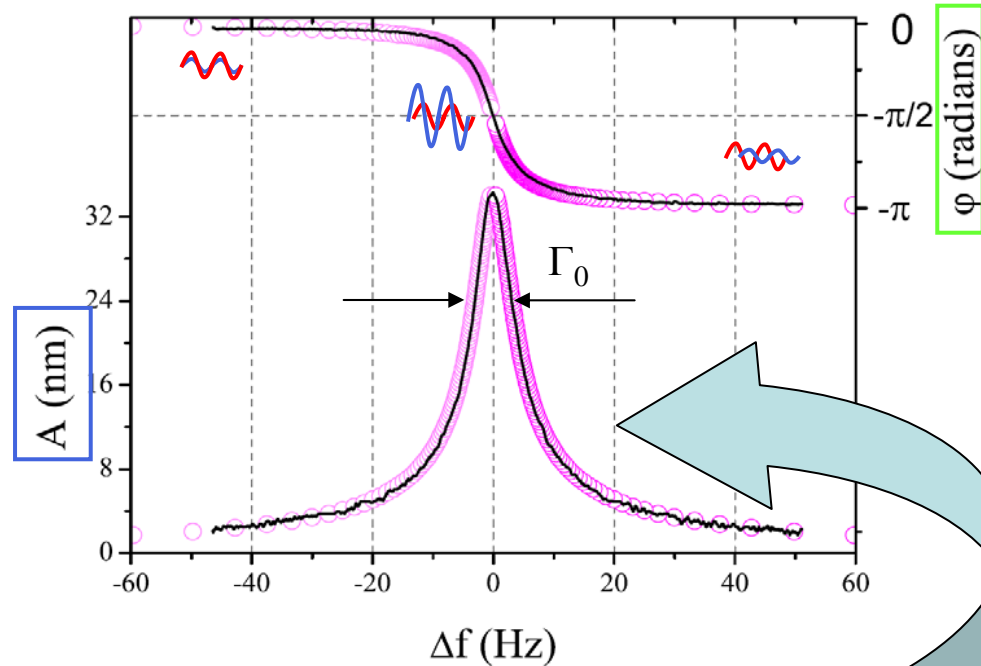
Introduction

Pointe oscille librement :
 $z(t)$



Facteur de qualité et dissipation intrinsèque de l'oscillateur :

$$Q = 2\pi \frac{\langle E_{\text{stored}} \rangle_T}{\langle E_{\text{diss}} \rangle_T} = \frac{2\pi f_0}{\Gamma_0}$$



d'après¹ ($f_0=270$ kHz, $Q=45000$, i.e. UHV)

$$\ddot{z}(t) + \frac{\omega_0}{Q} \dot{z}(t) + \omega_0^2 z(t) = \omega_0^2 \Xi_{\text{exc}}(t)$$

solution harmonique : $z(t) = A(\omega) \cos(\omega t + \varphi(\omega))$

¹Polesel et al., Nanotechnology **14**:1036 (2003)

Modes dynamiques

5 variables : Amplitude d'excitation, fréquence d'excitation, amplitude d'oscillation, phase (excitation et oscillation) et distance pointe-surface

Les variables fixées définissent le mode de fonctionnement :

Tapping

(ou Amplitude Modulation AFM)

Amplitude d'excitation et
fréquence d'excitation fixées
(modulation d'amplitude)



Mesures : **Amplitude d'oscillation**
phase en fonction de la distance
pointe-surface

non-contact AFM

(ou Frequency Modulation AFM)

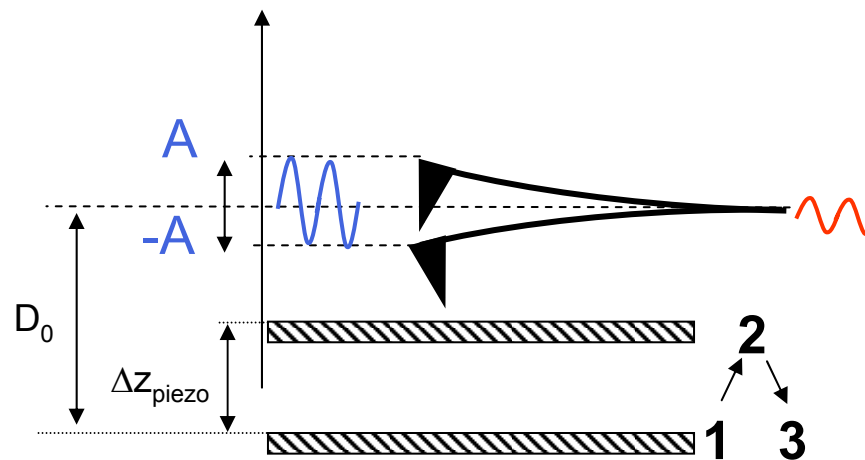
Phase fixée ($= -90^\circ$: résonance) et
amplitude d'oscillation (résonance) fixée
(modulation de fréquence)



Mesures : **décalage de la fréquence**
de résonance et **amplitude**
d'excitation requise pour conserver
l'amplitude d'oscillation constante
en fonction de la distance pointe-
surface

Les courbes d'approche-retrait

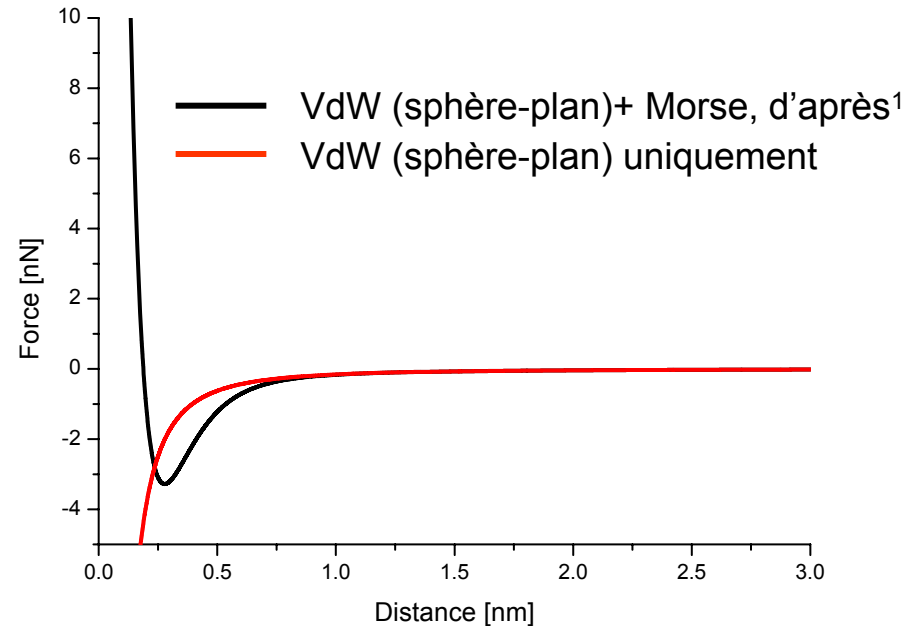
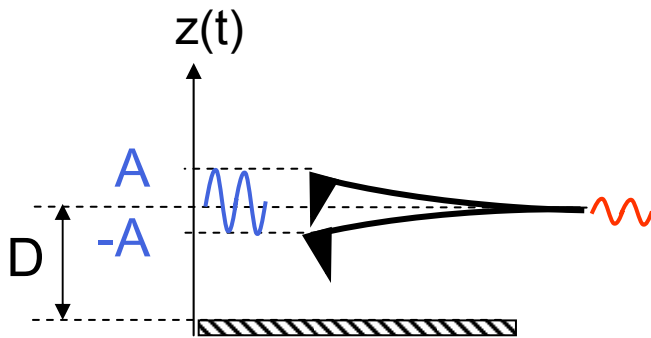
Elles sont la signature de la dynamique de l'oscillateur en interaction
Elles définissent les conditions (point de fonctionnement) pour acquérir l'image
Analogues $I=f(D)$ en STM



$$A, A_x, \varphi, f = F(D)$$

Pourquoi une dynamique non-linéaire?

Pointe oscille au voisinage de la surface :



$$\ddot{z}(t) + \frac{\omega_0}{Q} \dot{z}(t) + \omega_0^2 z(t) = \omega_0^2 \Xi_{\text{exc}}(t) + \frac{\omega_0^2 F_{\text{int}}(t)}{k_c} : F_{\text{int}} \text{ non-linéaire en } z$$

$$z(t) = A(\omega) \cos(\omega t + \varphi(\omega)) : \text{non solution}$$

$$A(\omega), \varphi(\omega) \rightarrow A(\omega, D), \varphi(\omega, D)$$

¹Pérez et al., Phys Rev. B **58**:10835 (1998)

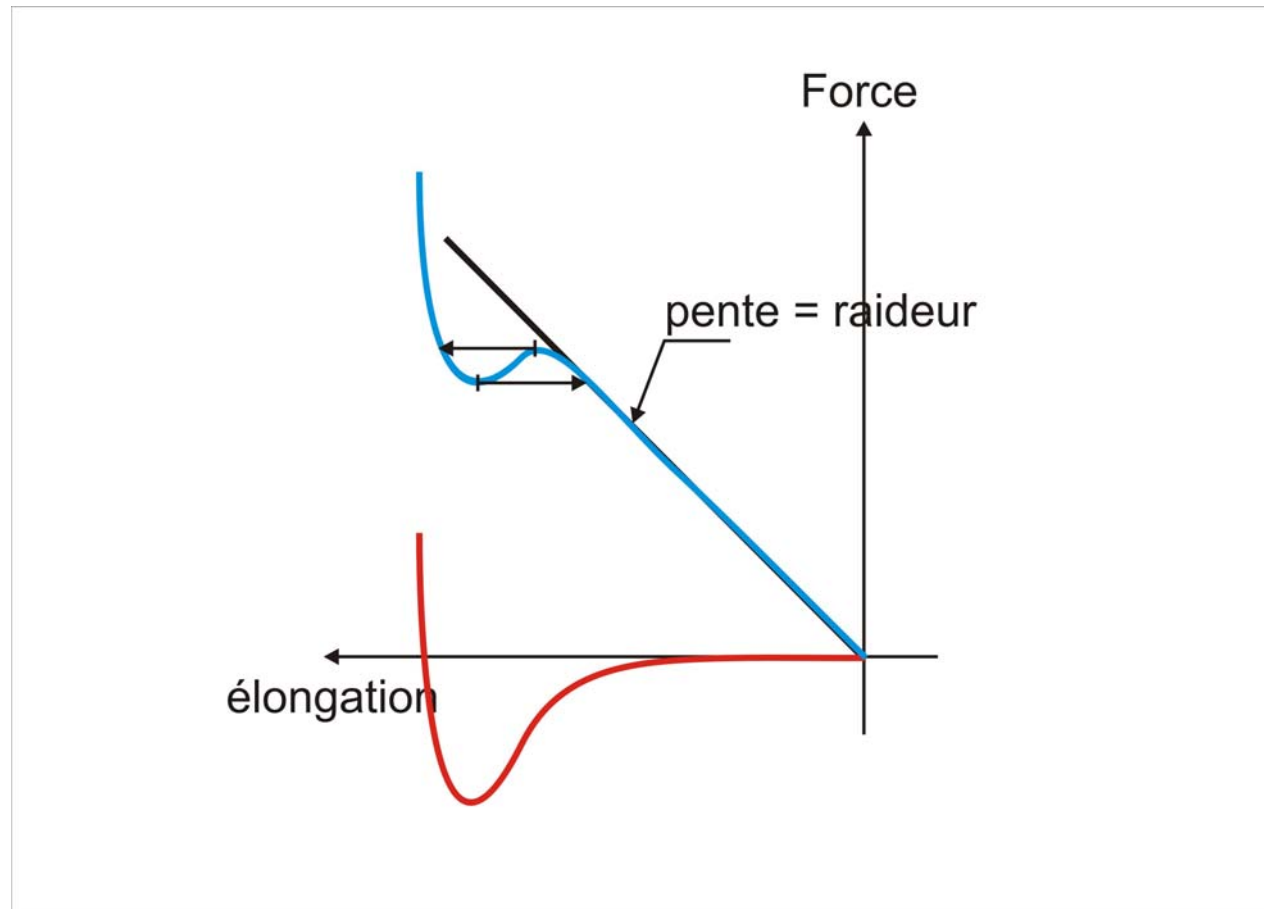
Pourquoi une dynamique non-linéaire?

Non-contact

Tapping

Modélisation

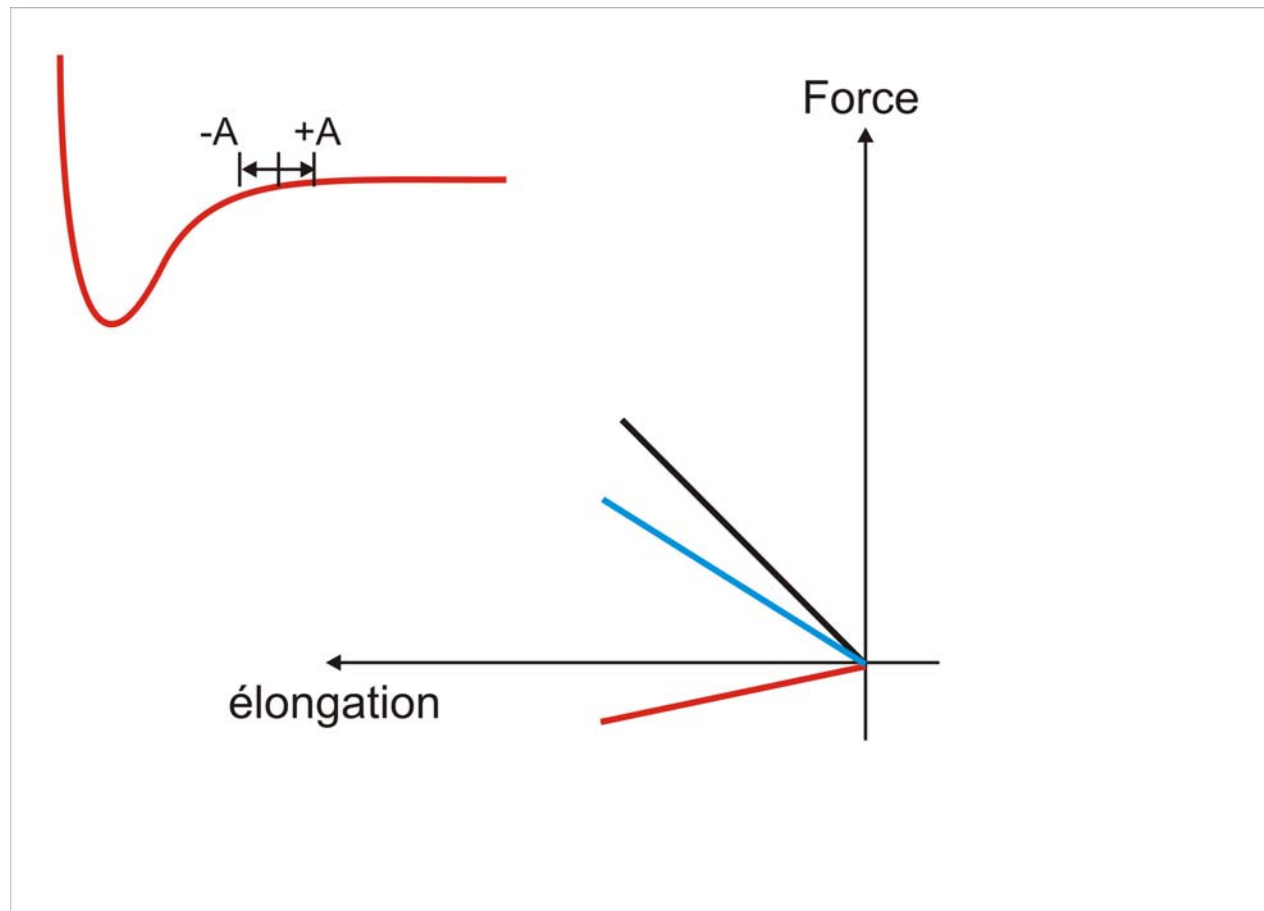
Introduction



Instabilités en z , bifurcations : hystérésis \Rightarrow modélisation requise

Pourquoi une dynamique non-linéaire?

Linéariser le problème ? Utilisation de petites amplitudes d'oscillation



Pourquoi une dynamique non-linéaire?

Non-contact

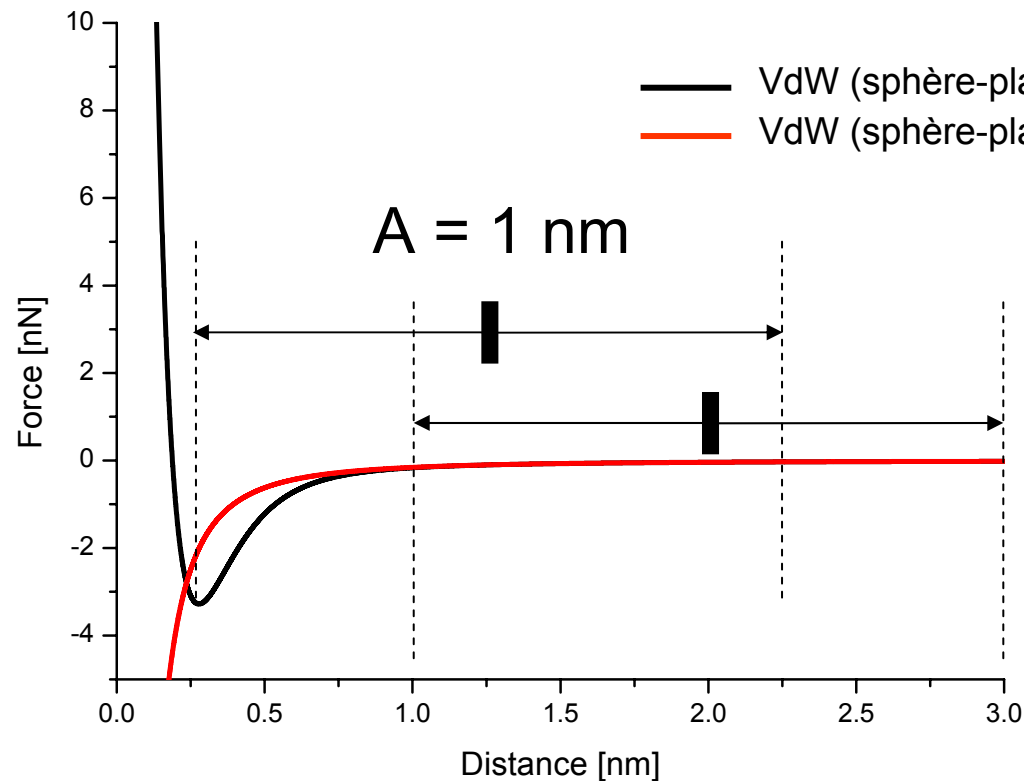
Tapping

Modélisation

Introduction

Linéariser le problème ? Ordres de grandeur

- Expérimentalement : $A \sim 10$ nm
- Petites amplitudes : alternative intéressante, mais difficultés expérimentale et *signal / bruit* défavorable (requiert l'utilisation de leviers raides \Rightarrow bande passante élevée)



Il faudrait $A \sim 0.1$ nm

Modélisation analytique

Méthode variationnelle basée sur le principe de moindre action :

$$\delta S = \delta \left[\int_0^{1/f} L(z, \dot{z}, t) \right] = 0$$

$$\begin{aligned} L[z(t), \dot{z}(t)] &= T - V + W \\ &= \frac{1}{2} \frac{k_c}{(2\pi f_0)^2} \dot{z}(t)^2 - \left[\frac{1}{2} k_c z(t)^2 - z(t) k_c A_x \cos(2\pi f t) + V_c^{int}(z(t)) \right] \\ &\quad - \left[\frac{\Gamma_0 k_c}{(2\pi f_0)^2} z(t) \dot{z}(t) + V_d^{int}(z(t), \dot{z}(t)) \right] \end{aligned}$$

- **Fontion d'essai harmonique** : $z(t) = A \cos(2\pi f t + \varphi)$

$$\begin{aligned} \delta A \hookrightarrow \cos(\varphi) &= \frac{A}{A_x} \left(1 - \frac{f^2}{f_0^2} \right) + \frac{2}{k_c A_x} \langle F_c \rangle \xrightarrow{\text{termes de couplage conservatif et dissipatif}} \\ \delta \varphi \hookrightarrow \sin(\varphi) &= -\frac{f}{f_0} \times \frac{A}{Q A_x} - \frac{2}{k_c A_x} \langle F_d \rangle \end{aligned}$$

Les deux modes dynamiques sont deux façons distinctes d'observer l'oscillateur

Modélisation analytique

Non-contact

Tapping

Modélisation

Introduction

Expression des terme

$$\langle F_c \rangle = f \times \partial_A \left\{ \int_0^{1/f} V_c^{int}(z(t)) dt \right\}$$

$$\langle F_d \rangle = \frac{f}{A} \times \partial_\varphi \left\{ \int_0^{1/f} V_d^{int}(z(t), \underline{z(t)}) dt \right\}$$

$$V_c^{int} = V_{Lr} + V_{Sr} + V_{Elec} + V_{Magn}$$

$$V_{VdW}(t) = -\frac{HR}{6(D - z(t))}$$

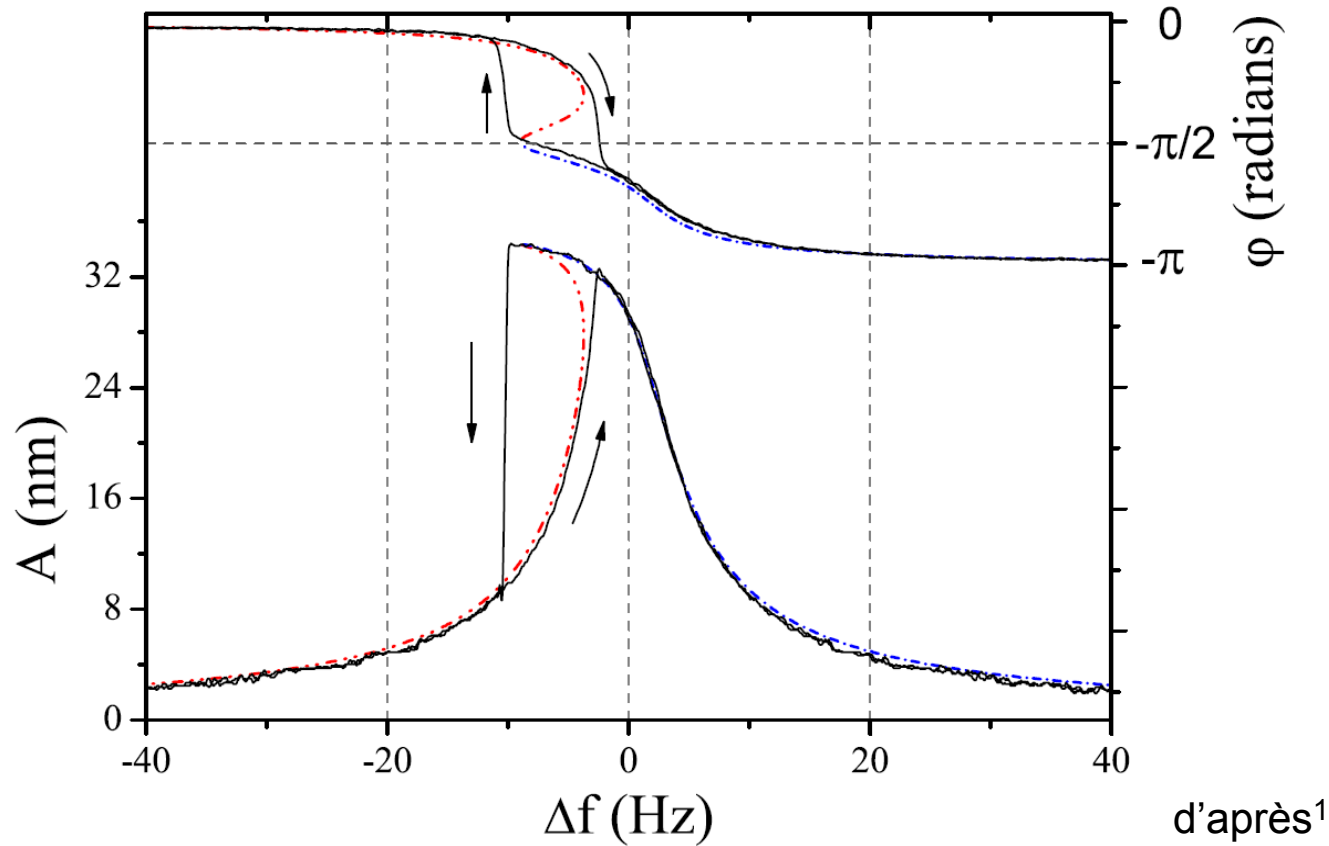
Longue portée:
Van der Waals dispersif
L.Nony *et al.* J.Chem.Phys.111,1610 (1999)

$$V_{Morse}(t) = -U_0 \left[2e^{-\frac{D-z(t)-r_c}{\lambda}} - e^{-\frac{2(D-z(t)-r_c)}{\lambda}} \right]$$

Courte portée:
Morse
(non publié)



Illustration expérimentale



d'après¹

¹Polesel *et al.*, Nanotechnology **14**:1036 (2003)

Le mode Tapping

Non-contact

Tapping

Modélisation

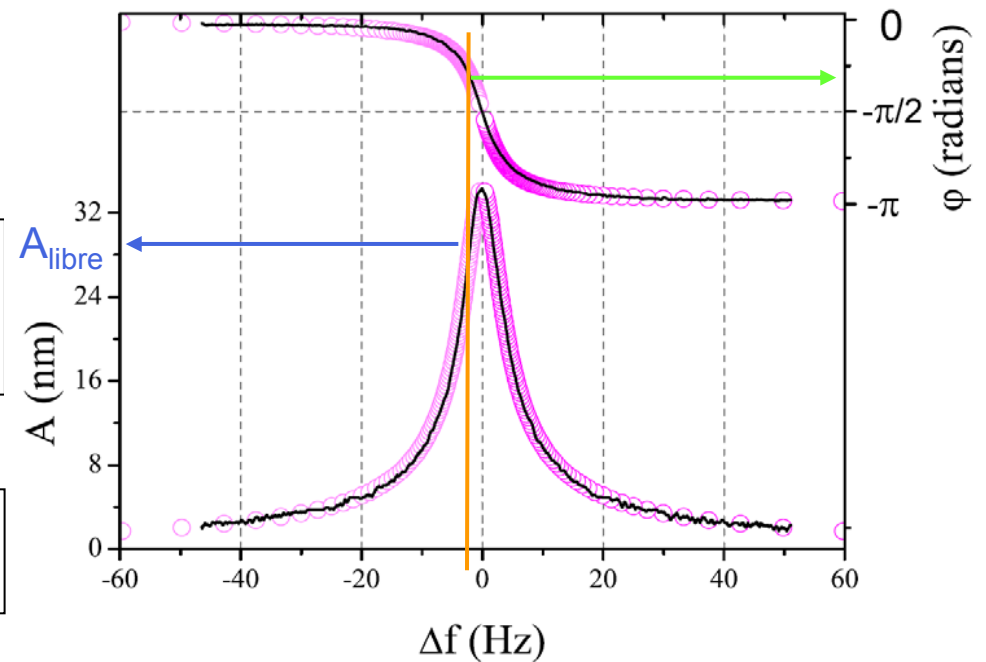
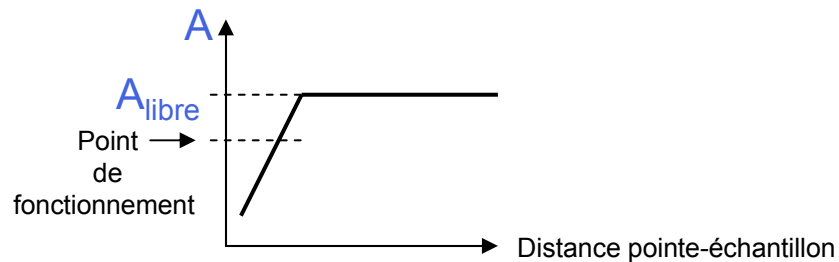
Introduction

Amplitude d'excitation et
fréquence d'excitation fixées
(modulation d'amplitude)

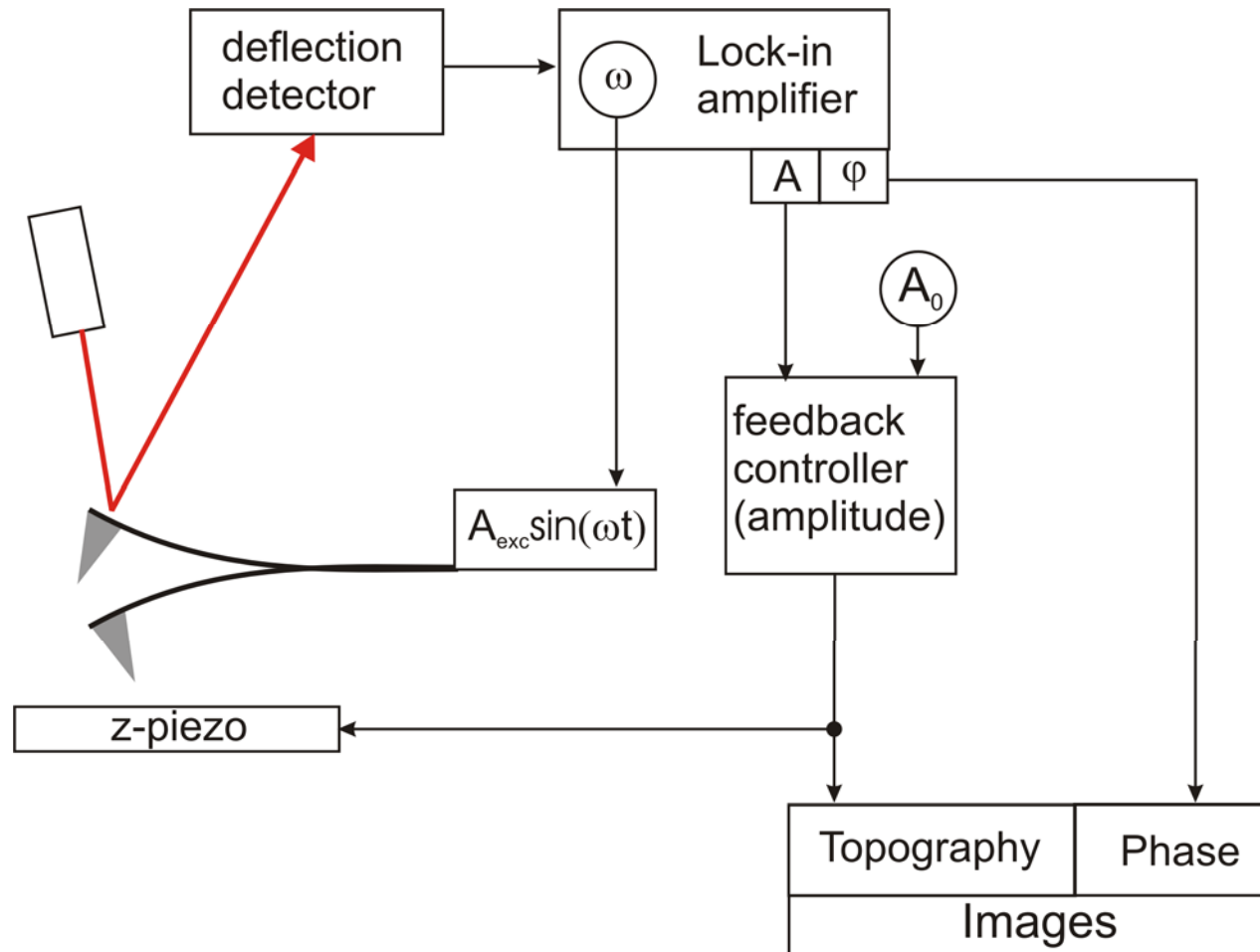


Mesures : Amplitude d'oscillation
phase en fonction de la distance pointe-
surface

Asservissement : réduction donnée de
l'amplitude d'oscillation



Formation des images en Tapping



Lien avec la modélisation

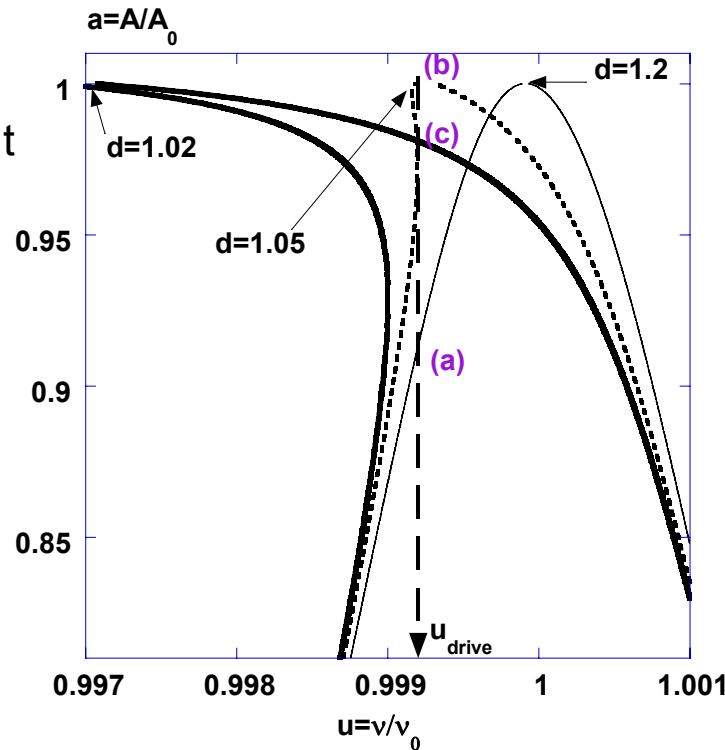
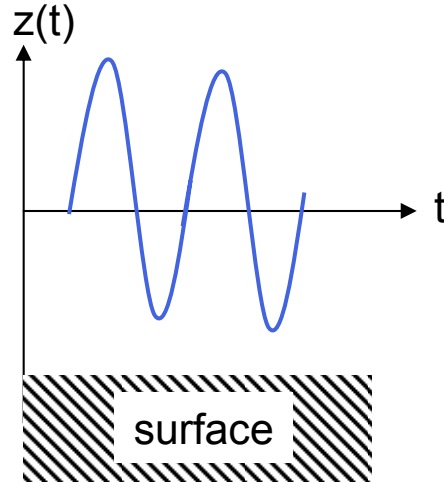
Non-contact

Tapping

Modélisation

Introduction

Régime purement attractif (VdW uniquement) :



$$V_{VdW}(t) = -\frac{HR}{6(D - z(t))}$$



Résolution du système $\{\cos(\varphi), \sin(\varphi)\}$ avec A_x et f fixes



$$A(\omega, D), \varphi(\omega, D)$$

La position de la fréquence d'excitation par rapport à la résonance définit le diagramme de bifurcation

Modélisation vs. expérience

Non-contact

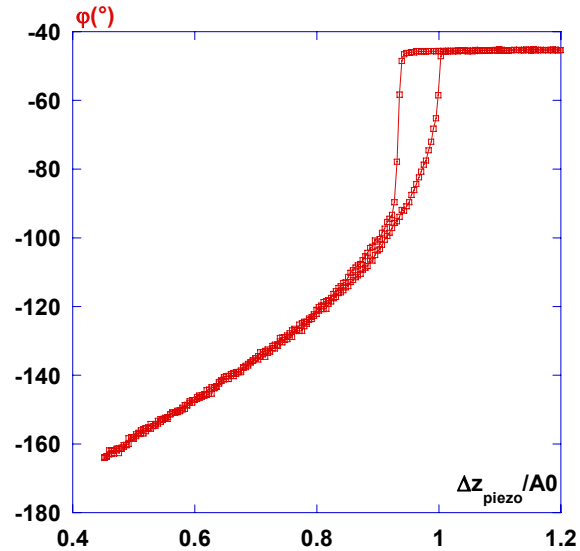
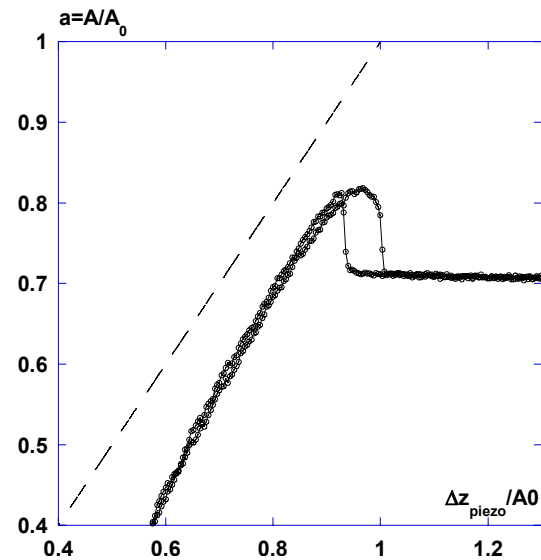
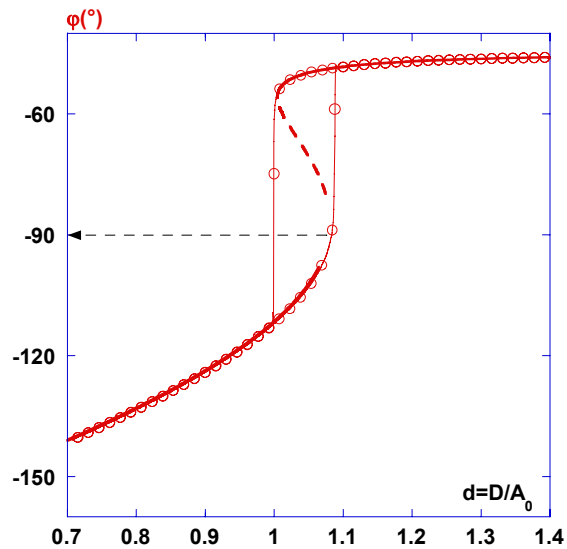
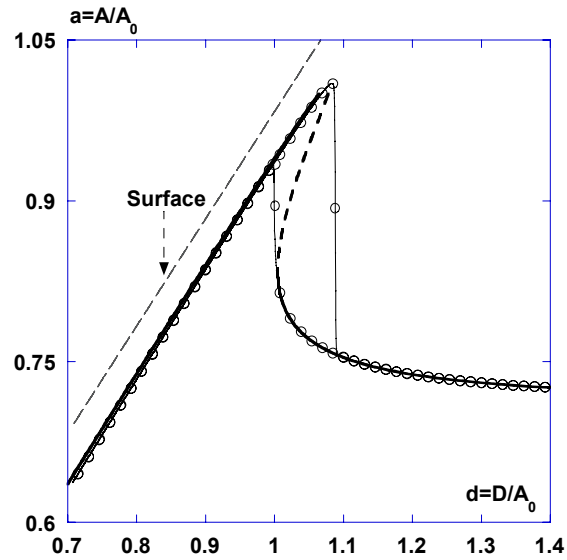
Tapping

Modélisation

Introduction

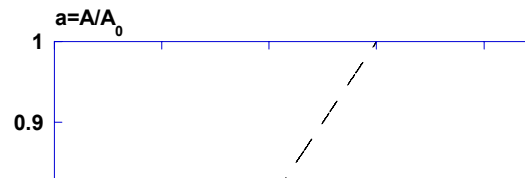
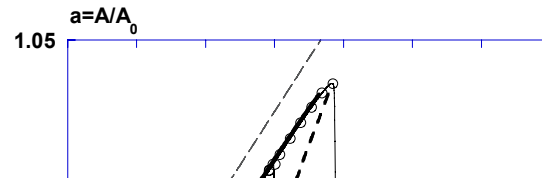
Amplitude

Phase



Modélisation vs. expérience

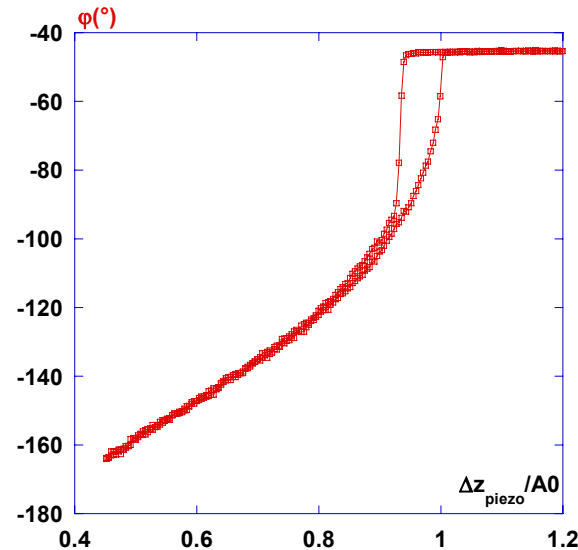
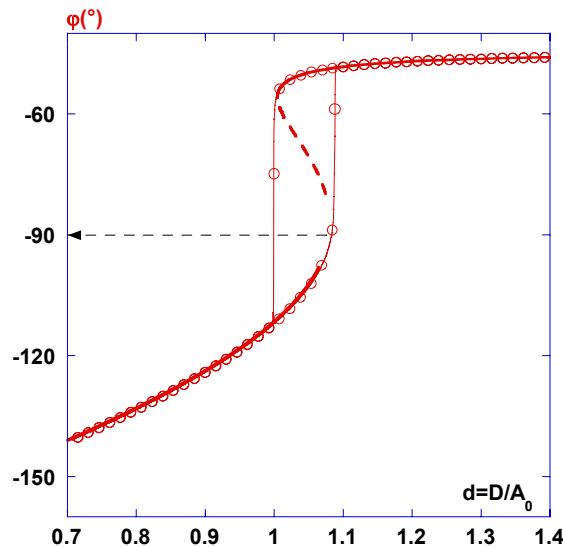
Amplitude



- $\varphi < -90^\circ$ caractérise un régime attractif dominant
- L'amplitude de l'oscillation contrôle la contribution du régime attractif (effet non-linéaire)
- Situations de non-contact en « Tapping »
- Intérêt de travailler « sous » la résonance : l'instabilité permet de positionner la surface

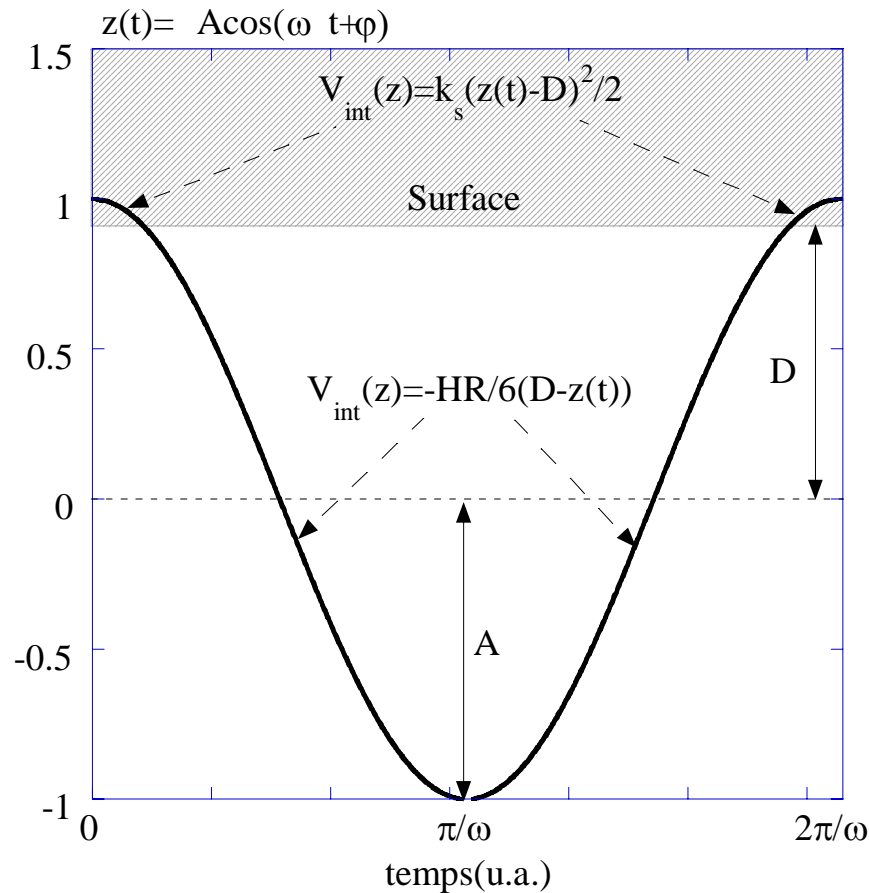
$$\kappa_a = \frac{HR}{k_c A_0^3}$$

Phase



L'oscillateur en champ attractif et répulsif

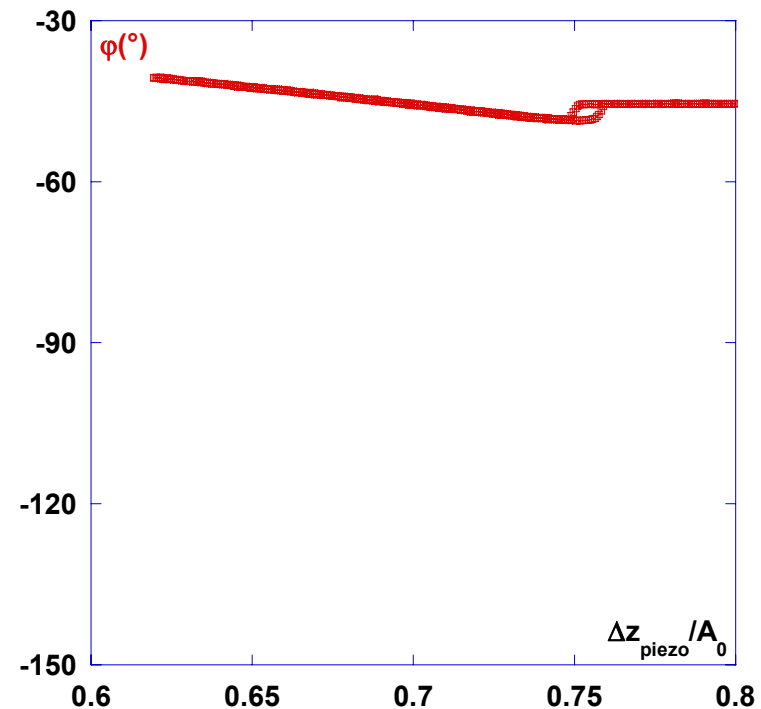
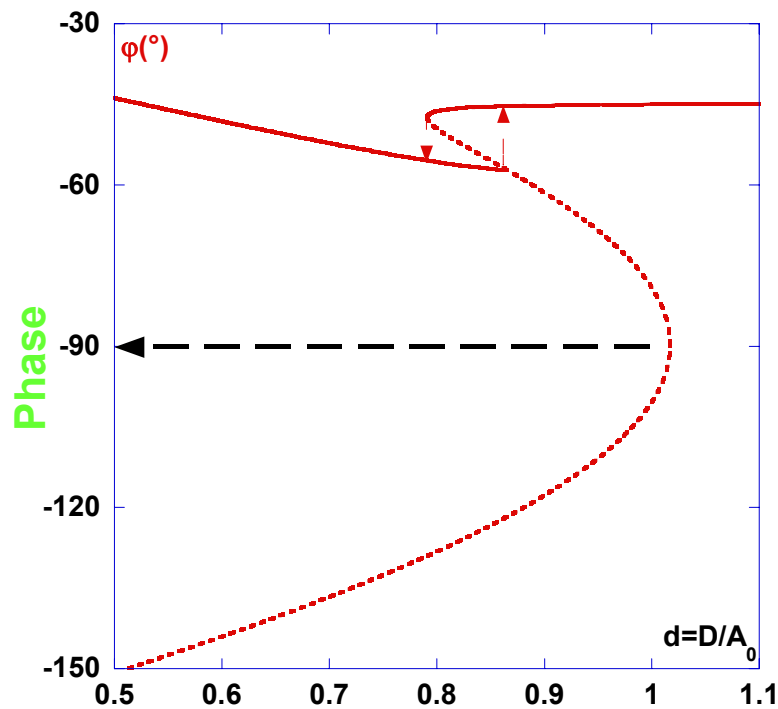
Situations de contact intermittent :



Résolution du système
 $\{\cos(\varphi), \sin(\varphi)\}$ avec A_x
 et f fixes

$$A(\omega, D), \varphi(\omega, D)$$

Modélisation vs. expérience



- L'amplitude de l'oscillation contrôle la contribution du régime attractif, *i.e.* la position de la branche par rapport à -90°
- $\varphi > -90^{\circ}$ caractérise un régime répulsif dominant

Modélisation vs. expérience

Non-contact

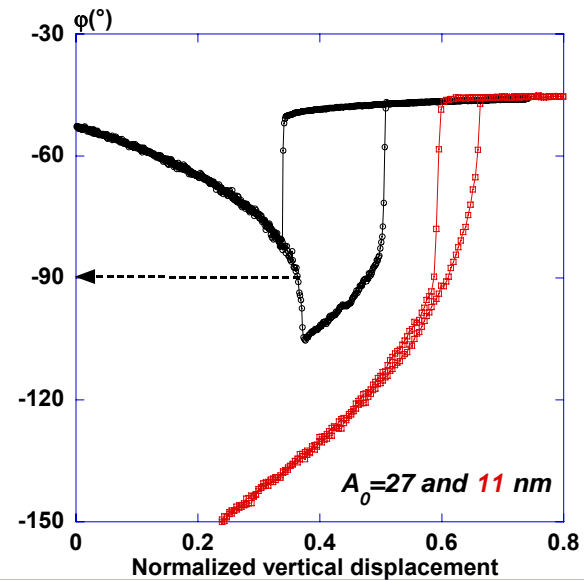
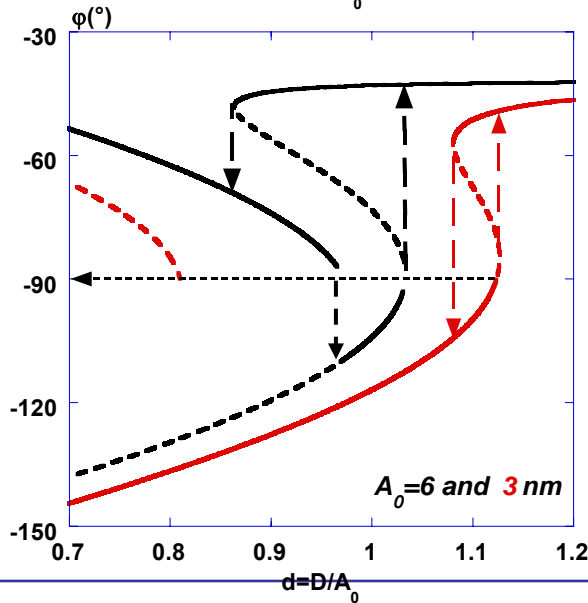
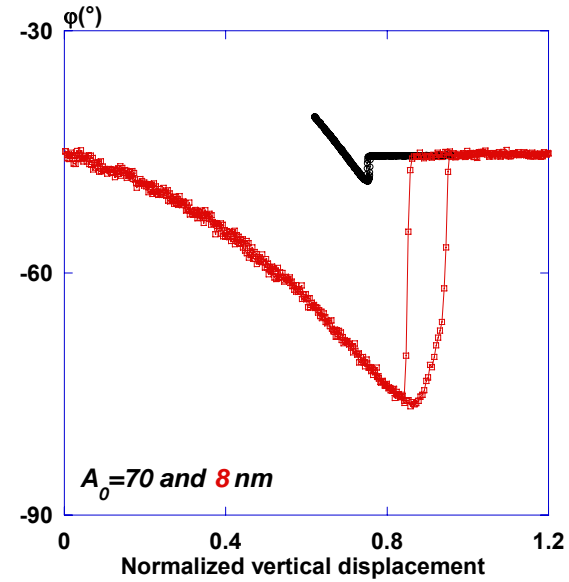
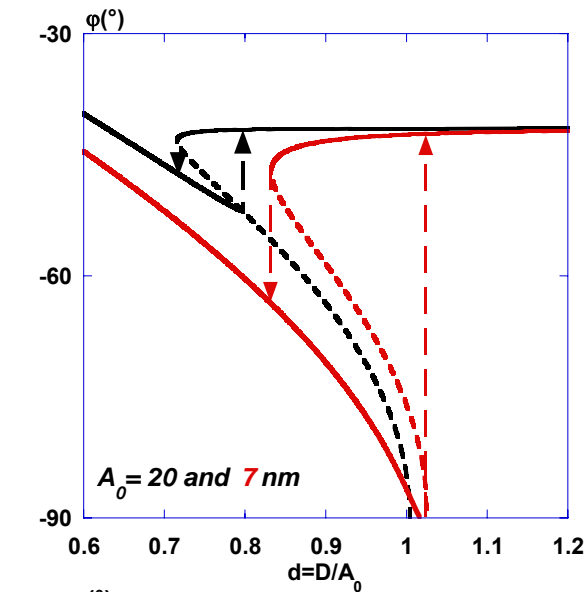
Tapping

Modélisation

Introduction

Phase

Phase



Tapping : réponse mécanique ou topographie?

L'oscillateur en champ purement répulsif : la limite des grandes amplitudes
($\kappa_a \rightarrow 0$)

Pente théorique :

$$p = \frac{\delta a}{\delta d} \approx \frac{1}{1 + \frac{5}{(Q\kappa_s)^{2/3}}}$$

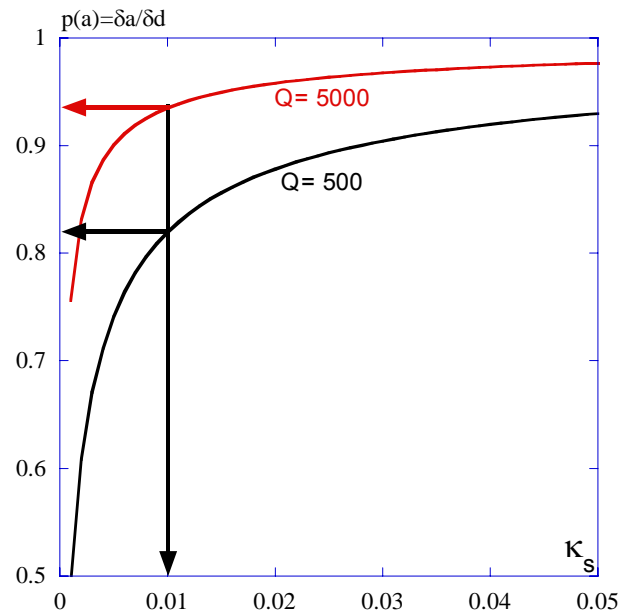
Avec :

$$\kappa_s = \frac{k_s}{k_c}$$

« Réponse mécanique
de l'échantillon »

Conséquences :

1. La pente dépend de k_s
2. Q contrôle la réponse mécanique accessible



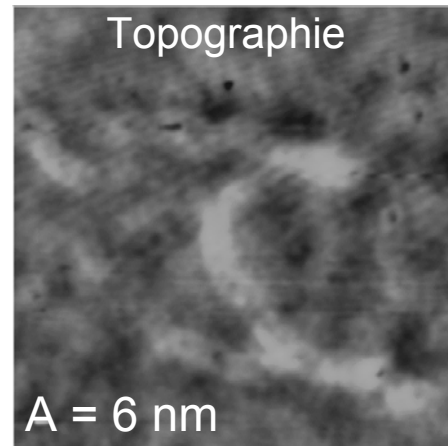
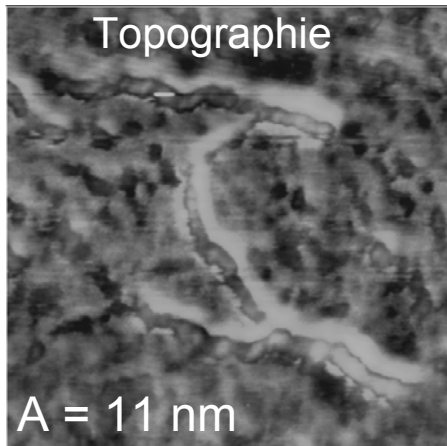
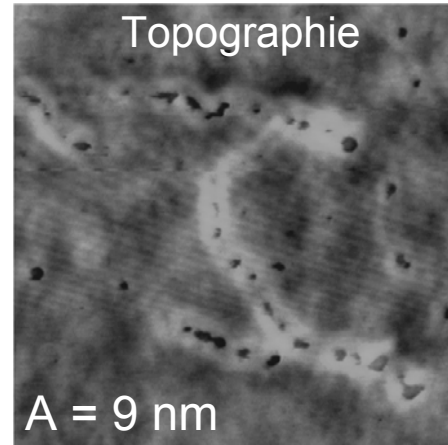
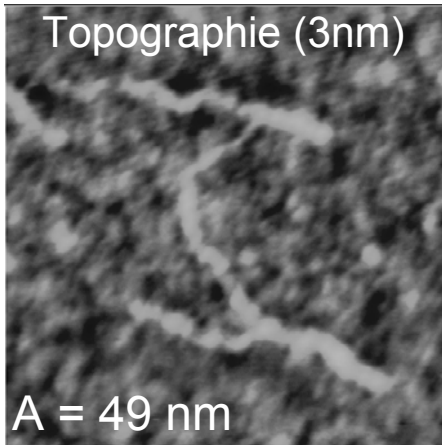
Q élevé
Topographie

Q faible
Réponse
mécanique

Illustration expérimentale

ADN sur SiO₂ silanisée : évolution du contraste en variant l'amplitude (200x200 nm²) :

Travail à pointe ~constante!

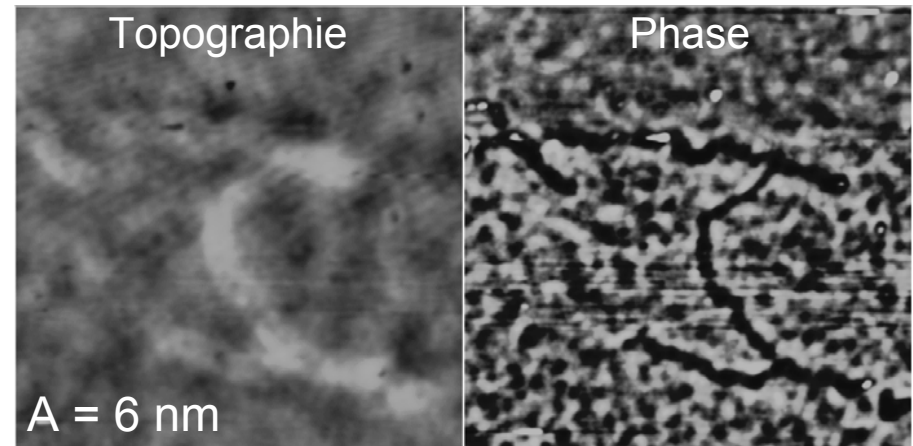
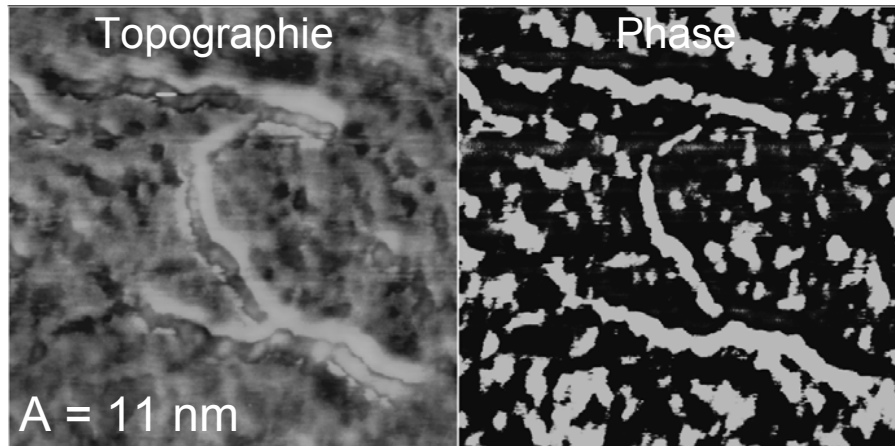
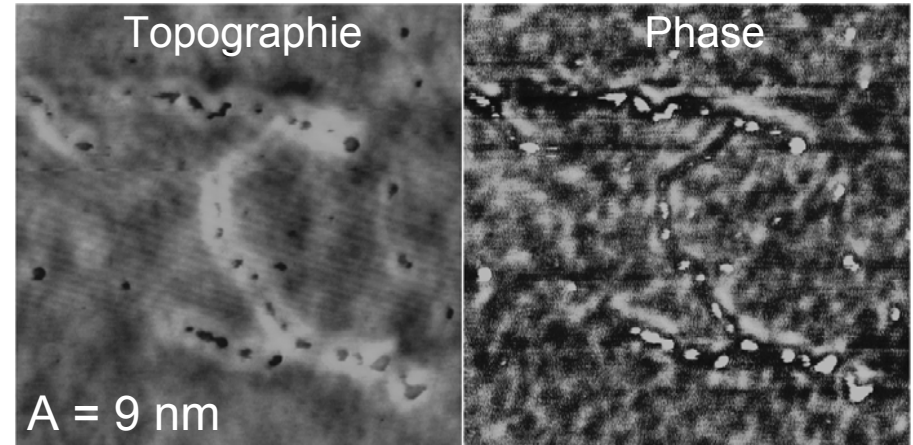
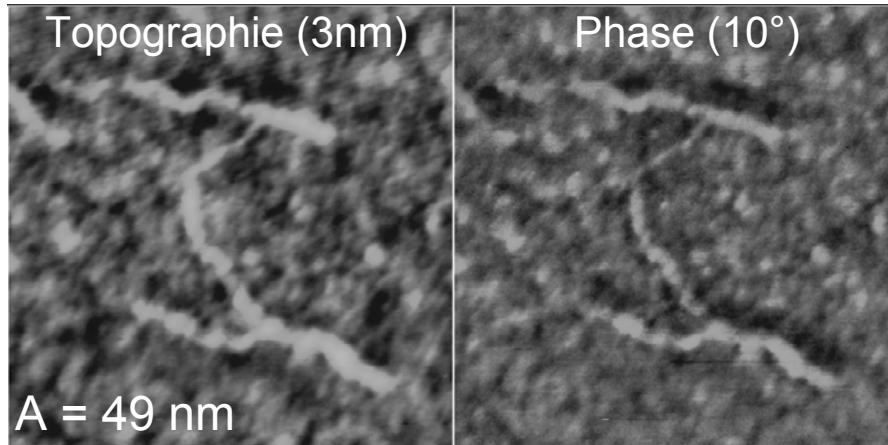


L.Nony *et al.* Biomacromolecules 2, 827 (2001)

Illustration expérimentale

ADN sur SiO₂ silanisée : évolution du contraste en variant l'amplitude (200x200 nm²) :

Travail à pointe ~constante!

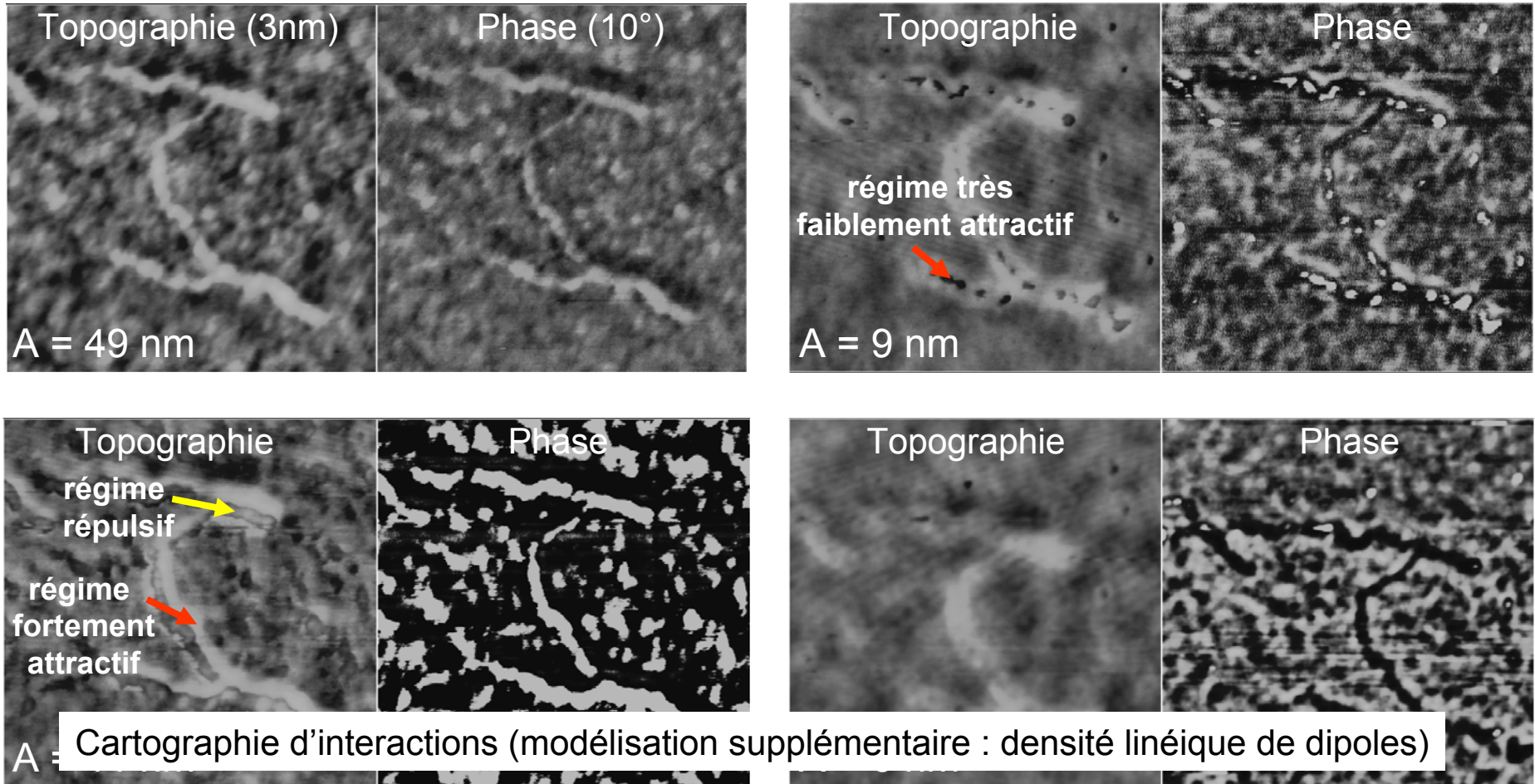


L.Nony *et al.* Biomacromolecules 2, 827 (2001)

Illustration expérimentale

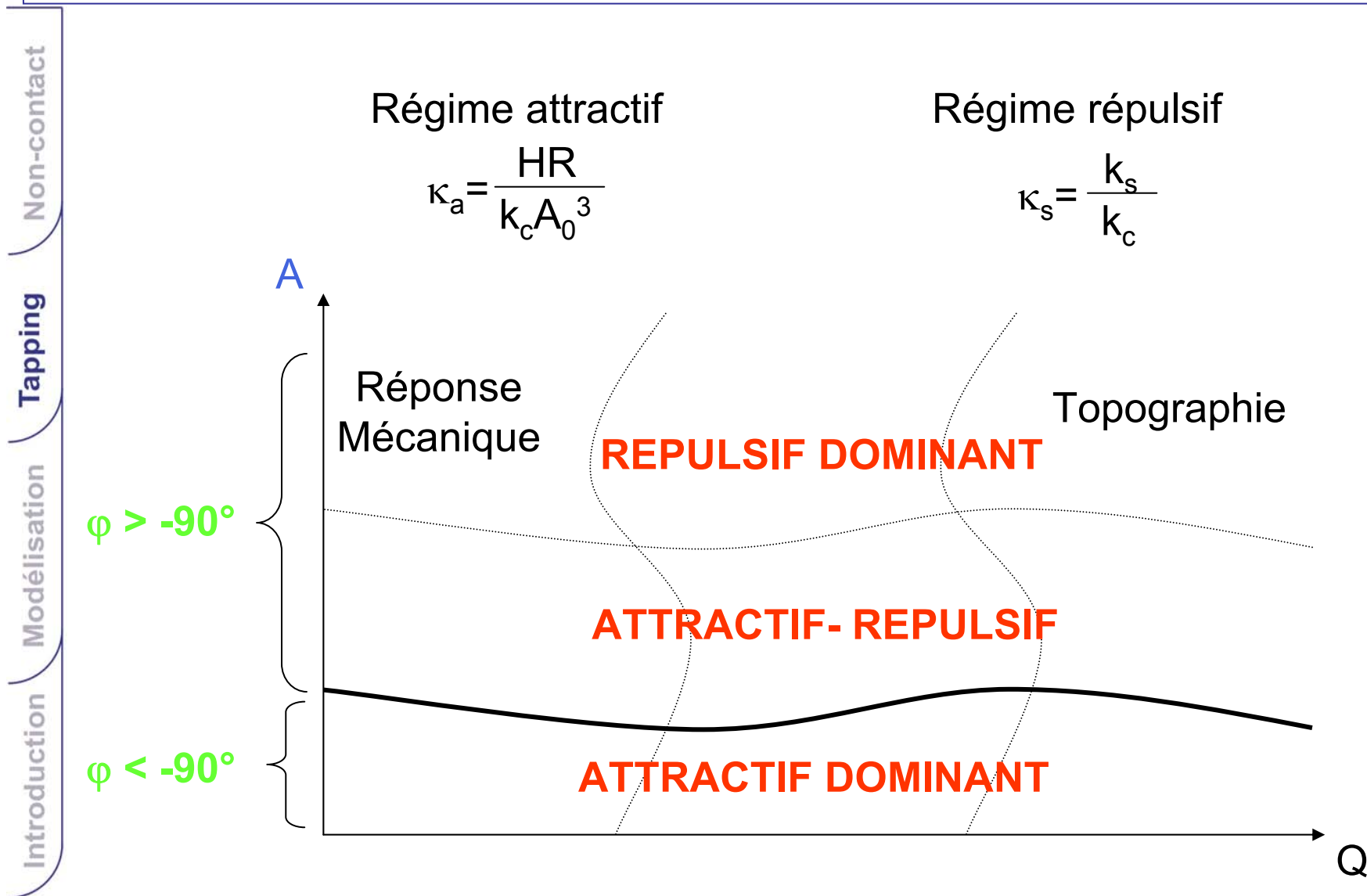
ADN sur SiO₂ silanisée : évolution du contraste en variant l'amplitude (200x200 nm²) :

Travail à pointe ~constante!



L.Nony *et al.* Biomacromolecules 2, 827 (2001)

Régimes accessibles en "Tapping"



Limitations du mode tapping

Facteur de qualité:

- **Q ~ 300** (air, dissipation par écoulement fluide) $\Rightarrow t_{\text{stat}} \sim 6Q/f_0 \sim 12 \text{ ms}$ ($f_0=150 \text{ kHz}$).

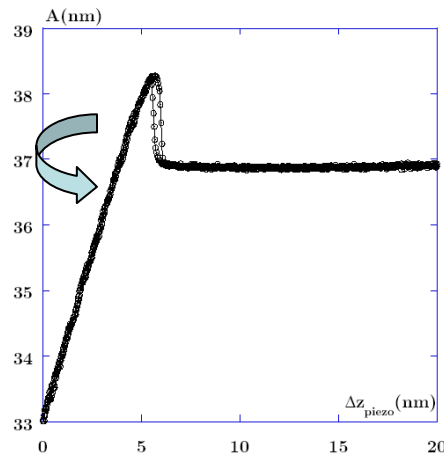
Temps d'acquisition d'une ligne de 256 pixels:

$$t_l = 256 \times (12 \cdot 10^{-3}) = 3 \text{ s}$$

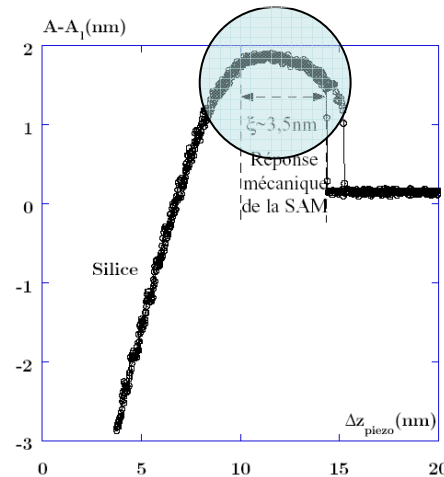
- **Q ~ 30000** (UHV, dissipation intrinsèque) $\Rightarrow t_{\text{stat}} \sim 6Q/f_0 \sim 1,2 \text{ s}$
 $t_l = 300 \text{ s (!)}$

Sensibilité : pente de la mesure pour l'asservissement

matériau dur : $p = 1 \text{ nm} / \text{nm } \Delta z$



matériau mou : $p \ll 1$



Dans le meilleur des cas, la précision du contrôle en z détermine la sensibilité de l'appareil.

Mélange des composantes conservatives et dissipatives

Introduction au non-contact AFM

Non-contact

Tapping

Modélisation

Introduction

nc-AFM vs. “Tapping” ou modulation de fréquence vs. modulation d’amplitude

Réelle méthode de non-contact

Sensibilité verticale très supérieure au “Tapping”

Méthode de découplage efficace des forces conservatives et dissipatives

Affranchissement de la constante de temps liée au facteur de qualité

Technique essentiellement UHV (requiert Q élevé)

MAIS : contribution potentielle de l’électronique aux signaux de mesure : 3 contrôleurs en série (1 en Tapping)

Le non-contact AFM (ou Frequency Modulation AFM)

Non-contact

Tapping

Modélisation

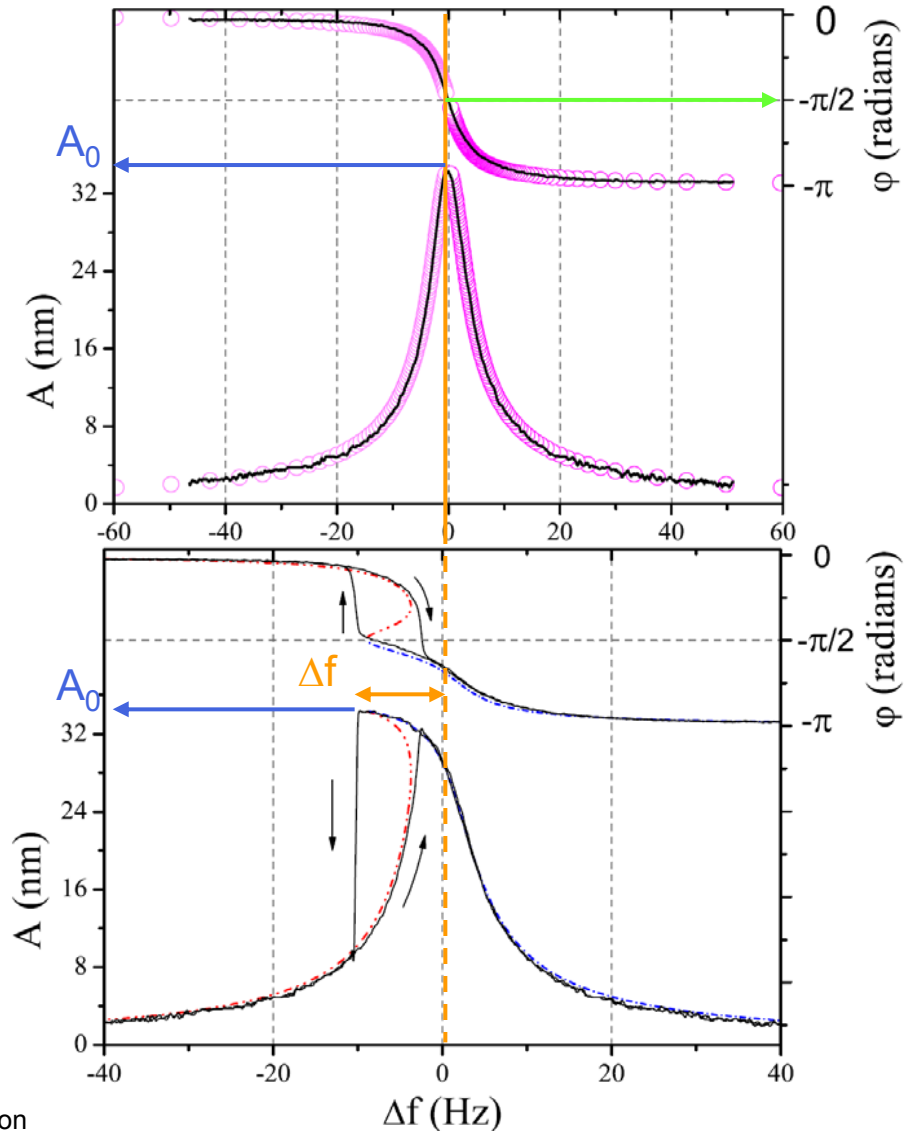
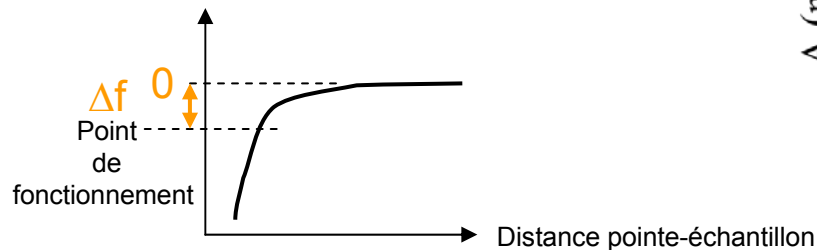
Introduction

Phase fixée ($= -90^\circ$: résonance) et amplitude d'oscillation (résonance) fixée (modulation de fréquence)



Mesures : décalage de la fréquence de résonance et amplitude d'excitation requise pour conserver l'amplitude d'oscillation constante en fonction de la distance pointe-surface

Asservissement : décalage donné de la fréquence de résonance



Lien avec la modélisation

Non-contact

- Méthode de non-contact :

$$V_{VdW}(t) = -\frac{HR}{6(D-z(t))}$$

$$V_{Morse}(t) = -U_0 \left[2e^{-\frac{D-z(t)-r_c}{\lambda}} - e^{-\frac{2(D-z(t)-r_c)}{\lambda}} \right]$$

⇒ Pas de contact avec la surface : ~~tapping~~

Tapping

- Sensibilité verticale très supérieure au "Tapping" :

$$p = 2 \text{ pm.Hz}^{-1}$$

- expérimentalement contrôle à 0,1 Hz près (autour de 300 kHz)
- MAIS 20 pm bruit caractéristique sur le signal en z
- **sensibilité verticale suffisante pour résolution atomique**

Modélisation

- Méthode de découplage efficace des forces conservatives et dissipatives (phase doit être bien maintenue)

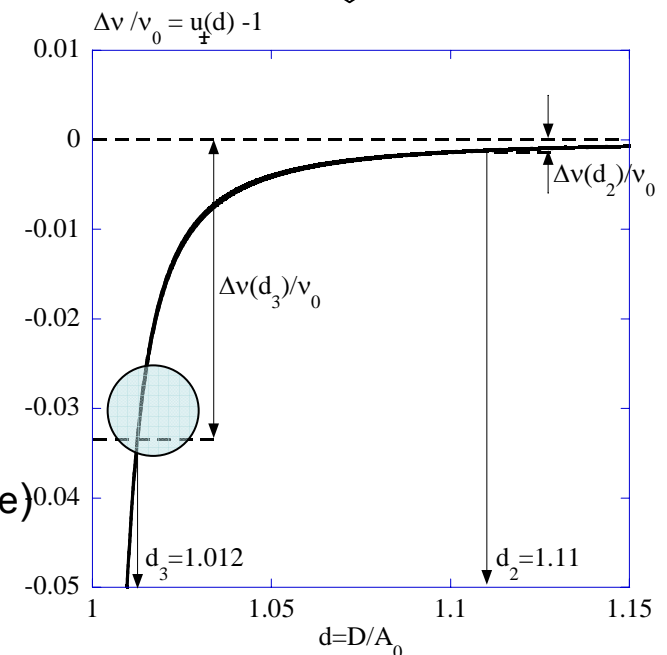
$$\cos(\varphi) = \frac{A}{A_x} \left(1 - \frac{f^2}{f_0^2} \right) + \frac{2}{k_c A_x} \langle F_c \rangle$$

$$\sin(\varphi) = -\frac{f}{f_0} \times \frac{A}{QA_x} - \frac{2}{k_c A_x} \langle F_d \rangle$$

Introduction

Amplitude d'oscillation et phase (= -90°) fixes

Résolution du système
{cos(φ), sin(φ)} en A et φ



Lien avec la modélisation

Non-contact

- Méthode de non-contact :

$$V_{VdW}(t) = -\frac{HR}{6(D-z(t))}$$

$$V_{Morse}(t) = -U_0 \left[2e^{-\frac{D-z(t)-r_c}{\lambda}} - e^{-\frac{2(D-z(t)-r_c)}{\lambda}} \right]$$

➡ Pas de contact avec la surface : ~~tapping~~

Tapping

- Sensibilité verticale très supérieure au "Tapping" :

$$p = 2 \text{ pm.Hz}^{-1}$$

- expérimentalement contrôle à 0,1 Hz près (autour de 300 kHz)
- MAIS 20 pm bruit caractéristique sur le signal en z
- **sensibilité verticale suffisante pour résolution atomique**

Modélisation

- Méthode de découplage efficace des forces conservatives et dissipatives (phase doit être bien maintenue)

$$0 = \frac{A}{A_x} \left(1 - \frac{f^2}{f_0^2} \right) + \frac{2}{k_c A_x} \langle F_c \rangle$$

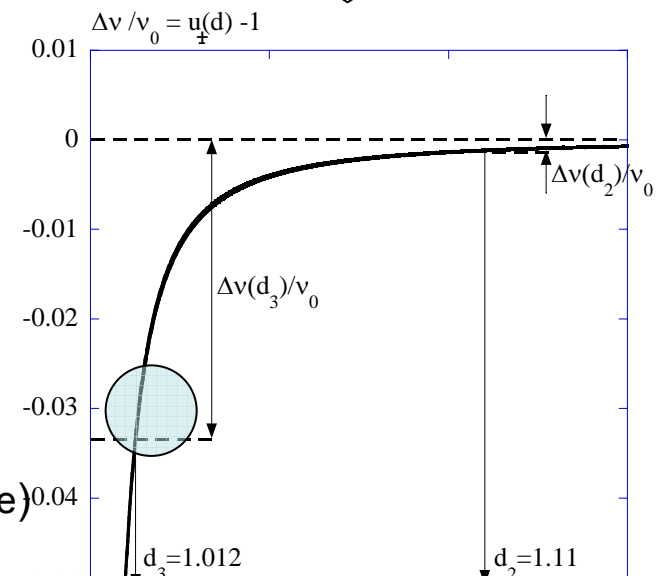
$$1 = -\frac{f}{f_0} \times \frac{A}{QA_x} - \frac{2}{k_c A_x} \langle F_d \rangle$$

décalage en fréquence ~ force conservative

amplitude d'excitation ~ force dissipative

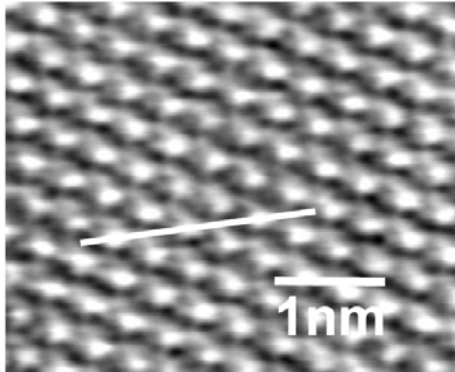
Amplitude d'oscillation et phase (= -90°) fixes

Résolution du système
{cos(φ), sin(φ)} en A et φ



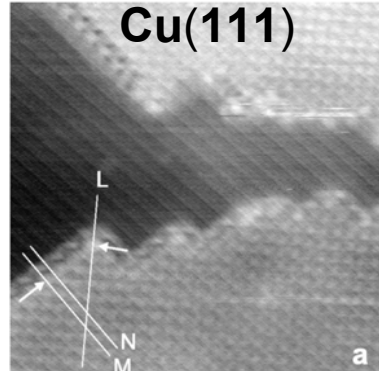
Exemples expérimentaux

CaF₂



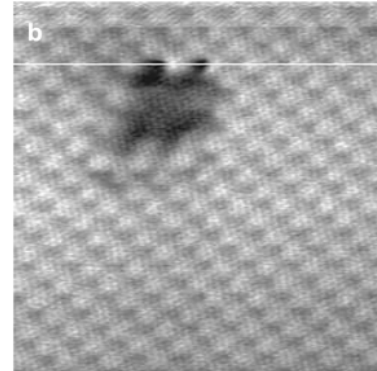
C. Barth *et al.*
J. Phys.: Condens. Matter **13**, 2061(2001)

**NaCl islands on
Cu(111)**



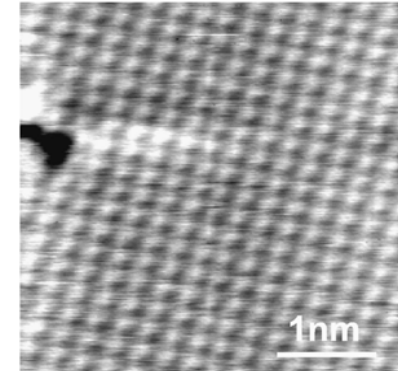
R. Bennewitz *et al.*
Phys. Rev. B **13**, 2061 (2001)

KBr + e⁻



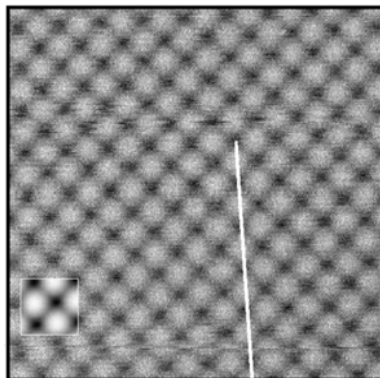
R. Bennewitz *et al.*
Surf. Sci. **474**, L197 (2001)

Cu(100)



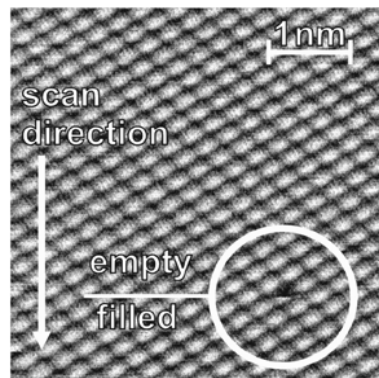
C. Loppacher *et al.*
Phys. Rev. B **62**, 16944 (2000)

NiO(100) @7K



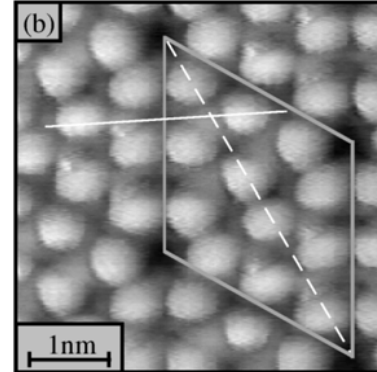
R. Hoffmann *et al.*
Phys. Rev. B **67**, 085402 (2003)

InAs(110) @14K

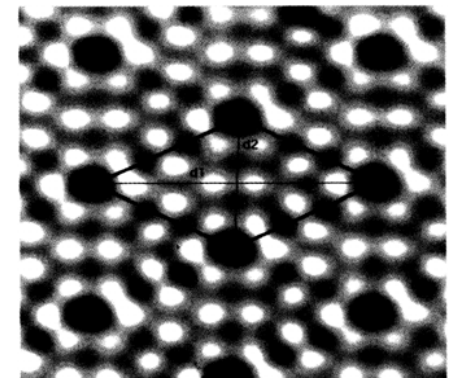


A. Schwarz *et al.*
Phys. Rev. B **61**, 2837 (2000)

Si(111)7x7 @RT et 7K



M. Lantz *et al.*
Phys. Rev. Lett. **84**, 2642 (2000)



F. Giessibl
Science **267**, 68 (1995)

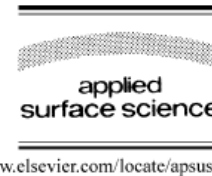
Exemples expérimentaux

Non-contact

- Informations structurales locales
- Mesure de forces localisées (conservatives - dissipatives) :



Applied Surface Science 188 (2002) 238–244



www.elsevier.com/locate/apsusc

Tapping

Atomic resolution imaging and force versus distance measurements on KBr (0 0 1) using low temperature scanning force microscopy

R. Hoffmann*, M.A. Lantz¹, H.J. Hug, P.J.A. van Schendel, P. Kappenberger, S. Martin, A. Baratoff, H.-J. Güntherodt

Modélisation

- Identification chimique :

VOLUME 92, NUMBER 14

PHYSICAL REVIEW LETTERS

week ending
9 APRIL 2004

Sublattice Identification in Scanning Force Microscopy on Alkali Halide Surfaces

R. Hoffmann,^{1,2,*} L. N. Kantorovich,³ A. Baratoff,¹ H. J. Hug,^{1,4} and H.-J. Güntherodt¹

¹National Center of Competence in Research on Nanoscale Science, Institute of Physics, University of Basel, Klingelbergstrasse 82, CH-4056 Basel, Switzerland

²Physikalisches Institut, Universität Karlsruhe, 76128 Karlsruhe, Germany

³Department of Physics, School of Physical Sciences and Engineering, King's College London, London WC2R 2LS, United Kingdom

⁴Swiss Federal Laboratory for Materials Testing and Research, CH-8600 Dübendorf, Switzerland
(Received 17 March 2003; published 9 April 2004)

Introduction

Exemples expérimentaux

- Manipulation d'atomes et de molécules :

VOLUME 90, NUMBER 17 PHYSICAL REVIEW LETTERS week ending
2 MAY 2003

Mechanical Vertical Manipulation of Selected Single Atoms by Soft Nanoindentation Using Near Contact Atomic Force Microscopy

Noriaki Oyabu,¹ Óscar Custance,^{2,*} Insook Yi,² Yasuhiro Sugawara,^{1,2} and Seizo Morita^{1,2}

¹Graduate School of Engineering, Osaka University, 2-1 Yamada-Oka, Suita, 565-0871, Japan

²Handai Frontier Research Center (FRC), 2-1 Yamada-Oka, Suita, 565-0871, Japan

(Received 27 December 2002; published 2 May 2003)

VOLUME 90, NUMBER 6 PHYSICAL REVIEW LETTERS week ending
14 FEBRUARY 2003

Direct Determination of the Energy Required to Operate a Single Molecule Switch

Ch. Loppacher,^{1,*} M. Guggisberg,¹ O. Pfeiffer,¹ E. Meyer,¹ M. Bammerlin,² R. Lüthi,² R. Schlittler,²
J. K. Gimzewski,^{2,†} H. Tang,³ and C. Joachim³

¹Institute of Physics, University of Basel, Klingelbergstrasse 82, CH-4056 Basel, Switzerland

²IBM Research Division, Zurich Research Laboratory, CH-8803 Rüschlikon, Switzerland

³CEMES/CNRS, 29, rue Jeanne Marvig, 31055-Toulouse Cedex, France

(Received 11 October 2002; published 14 February 2003)

- Molécules organiques sur métaux, SC : peu de résultats
- Molécules organiques sur oxydes ou isolants : très peu de résultats